

CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL, MORFOLÓGICA E MAGNÉTICA DA FERRITA $Ni_{0,4}Zn_{0,5}Fe_2Cu_{0,1}O_4$

P. T. A. Santos¹; Fernandes, P. C.¹; P. T. A. Santos¹; A. C. F. M. Costa¹

polyanaquimica@yahoo.com.br

¹Universidade Federal de Campina Grande, Departamento de Engenharia de Materiais, Av. Aprígio Veloso – 882, Bodocongó, 58109-970, Campina Grande - PB, Brasil

RESUMO

Neste trabalho o sistema $Ni_{0,4}Zn_{0,5}Fe_2Cu_{0,1}O_4$ foi obtido por reação de combustão usando uréia como combustível afim de avaliar suas características estrutural, morfológica e magnética. As amostras resultantes foram caracterizadas por DRX, BET, MEV/EDS e medidas magnéticas. A síntese por reação de combustão foi eficaz para produzir amostras de ferritas com tamanho de cristalito 13 nm. Os difratogramas de raios X apresentaram a fase majoritária do espinélio inverso e traços da segunda fase ZnO. A morfologia resultante mostrou a formação de aglomerados moles, com porosidade interpartícula, e o mapeamento por MEV/EDS indicou uma boa distribuição dos elementos Ni, Cu, Zn, Fe e O constituinte da ferrita. A ferrita apresentou comportamento superparamagnético com valor da magnetização de saturação de 5,60 emu/g.

Palavras chaves: ferrita Ni-Zn, reação de combustão, medidas magnéticas

1. INTRODUÇÃO

A classe das cerâmicas cristalinas com estrutura do mineral espinélio, $MgAl_2O_4$, é constituída pelo empacotamento de ânions bivalentes de oxigênio (O^{2-}) em um arranjo cúbico de face centrada.

As ferritas cúbicas são materiais cerâmicos que exibem magnetização espontânea, por consequência do movimento dos spins nas posições tetraédricas e octaédricas da rede cristalina, de forma antiparalela, porém não

nula, conhecidos, assim por materiais ferrimagnéticos. Devido, a facilidade de alinhamento dos spins na presença de um campo magnético, ou seja, a facilidade de magnetizar e desmagnetizar estes materiais com baixo valor de campos externos é conhecidos como materiais magnéticos moles (soft).

As ferritas moles apresentam estrutura cristalina tipo espinélio, geralmente originados a partir da mistura de óxidos metálicos divalentes, tais como Zn^{+2} , Mn^{+2} , Ni^{+2} , e íons trivalentes tais como Fe^{+3} , Mn^{+3} . A fórmula estrutural usual da ferrita é escrita como $MOFe_2O_3$, onde M é um cátion divalente se o espinélio for do tipo normal, isto é, os íons divalentes ocupam as posições tetraédricas da estrutura cristalina, ou um cátion trivalente se o espinélio for do tipo inverso, onde os íons trivalentes ocupam posições octaédricas na estrutura cristalina ⁽¹⁾.

Nas ferritas Ni-Zn, especificamente, os íons Ni^{2+} e Zn^{2+} tendem a ocupar, respectivamente, os sítios octaédricos e tetraédricos da rede cristalina, enquanto os íons de Fe^{3+} ocupam igualmente as posições tetraédricas e octaédricas. Desta forma, é possível se obter uma grande variação das propriedades intrínsecas do material por meio da manipulação da estequiometria desses cátions e, pela substituição (dopagem) adequada dos íons metálicos na rede ⁽²⁻³⁾. A dopagem destas ferritas possibilita alterações substanciais nas suas propriedades eletromagnéticas, o que torna a dopagem uma ferramenta tecnologicamente útil e promissora que vem sendo utilizada por diversos pesquisadores.

No caso da ferrita Ni-Zn, o cobre tem sido um dopante bastante estudado por vários pesquisadores ^(4—8, 13, 27-29), ao longo das últimas décadas, com o intuito de melhorar algumas propriedades e características destes materiais. Por outro lado, as ferritas dopadas com cobre têm despertado interesse da indústria eletrônica devido às boas propriedades elétricas e magnéticas em dispositivos que atuam em altas frequências ⁽⁹⁾. As ferritas Ni-Zn apresentam excelentes propriedades, tais como alta resistividade elétrica (10^5 - 10^{10} Ω .cm), permeabilidade magnética, 10-1000 ⁽¹⁰⁾, baixa coercitividade magnética, 3Oe, ⁽¹¹⁾, baixas perdas por histerese e corrente parasita (38×10^{-4}) na frequência de 10KHz ⁽¹²⁾, dureza mecânica, estabilidade química, e alta resistência à corrosão ⁽¹³⁾. Estas propriedades são dependentes da frequência de operação, do método e das condições de processamento utilizadas assim como da

composição intrínseca do material, da distribuição dos cátions na rede no espinélio, e ainda da quantidade dos dopantes utilizados.

Além do efeito das impurezas, ou seja, dos dopantes nas propriedades elétricas e magnéticas destes materiais, outros fatores também são determinantes, como características químicas, tamanhos de partículas, método de processamento, condições de síntese e sinterização, entre outros. Assim, para estudar e determinar as propriedades magnéticas, estrutural e morfológica ou escolher um tipo específico de aplicações de nanopartículas é fundamental a escolha de um método de síntese que nos permita obter partículas com propriedades desejadas.

Comumente as ferritas são preparadas pelo método convencional cerâmico de mistura de óxidos, porém por este apresentar algumas desvantagens, outros métodos químicos em escala de laboratório vem sendo empregado e estudado a fim de se obter partículas com propriedades melhoradas, tais como: sol-gel ⁽¹⁴⁾, co-precipitação ⁽¹⁵⁾, hidrotérmica ⁽¹⁶⁾, reação por combustão ⁽¹⁷⁻¹⁹⁾ entre outros;

O processo de síntese por reação de combustão tem sido empregado com sucesso para a obtenção de diversos tipos de materiais, visto que possibilitam a obtenção de pós com partículas nanométricas, elevada área superficial e um alto grau de pureza. Com relação a outros métodos de síntese, o processo de reação por combustão torna-se vantajoso devido à sua simplicidade, pequeno tempo de duração entre a preparação de reagentes, produto final não necessitar de etapas intermediárias de tratamento térmico subseqüentes, e baixos consumos de energia envolvida durante a síntese ⁽²⁰⁾.

Além do mais, o método não-convencional de reação por combustão sintetiza pós com alta pureza, homogeneidade química, e normalmente gera produtos com estruturas e composição desejadas, devido à elevada homogeneidade favorecida pela solubilidade dos sais em água. É um método fácil, seguro, rápido, de baixo consumo de energia e que possibilita a reprodução de pós cerâmicos em escala semi-piloto ⁽²¹⁾.

Assim, este trabalho teve como objetivo a caracterização estrutural, morfológica e magnética da ferrita $Ni_{0,4}Zn_{0,5}Fe_2Cu_{0,1}O_4$ obtidas por reação de combustão.

2. MATERIAIS E METODOS

O processo de síntese por reação de combustão para obtenção da ferrita $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_4$, envolveu uma mistura contendo íons metálicos, como reagentes oxidantes (Nitrato de níquel, Nitrato de zinco, Nitrato de ferro e Nitrato de Cobre II), e um combustível (uréia), como agente redutor.

A mistura inicial (composição estequiométrica) foi calculada de acordo com as valências dos elementos reativos, de modo a favorecer a relação oxidante/combustível = 1 de acordo com a química dos propelentes⁽²⁰⁾. Para preparação das amostras, foi utilizado como fonte de aquecimento externo uma base cerâmica com resistência elétrica exposta ao ar e um cadinho. A medição experimental da temperatura máxima e tempo da chama de combustão foram determinados utilizando um pirômetro infravermelho (Raytek, modelo RAYR3I $\pm 2^\circ\text{C}$) e para o tempo de combustão utilizou-se um cronometro, marca Technos. As amostras foram desaglomerados em peneira de malha 325 (abertura 45 μm).

A amostra foi caracterizada por difratometria de raios X com o auxílio de um difratômetro de raios-X SHIMADZU (modelo XRD 6000) utilizando-se fonte de radiação monocromática Cu-K α de $\lambda = 1,5418^\circ$, com tensão de 40Kv e uma corrente de 30mA. As leituras feitas varreram a faixa entre 15° e 85° com fendas 1:1:0,3, passo 0,02. Para identificação das fases utilizou-se o programa (Pmgr) da Shimadzu e acessou o banco de dados PDF2. A determinação da área superficial das amostras foi realizada pelo método de adsorção de nitrogênio/hélio desenvolvido por Brunauer, Emmett e Teller (BET) visando determinar a área superficial específica. Foi utilizado um equipamento modelo NOVA 3200 marca Quantachrome. Esta técnica também foi usada para determinar o tamanho de partículas por meio da seguinte equação⁽²²⁾:

$$D_{\text{BET}} = \frac{6}{\rho \cdot S_{\text{BET}}}$$

onde, D_{BET} é diâmetro médio equivalente (nm), S_{BET} é área superficial determinada pelo método BET (m^2/g) e ρ é densidade teórica (g/cm^3).

A análise da morfologia das foi realizada mediante a análise de microscopia eletrônica de varredura e feita o mapeamento por EDS. Para a análise foi

utilizado um microscópio eletrônico de varredura (MEV), marca Philips, modelo XL30FEG.

Os parâmetros magnéticos (coercividade, magnetização de saturação, campo remanente e área da curva de histerese, a qual dá um indicativo da energia dissipada pelo material ou simplesmente perdas por histerese) foram obtidos a partir das curvas ou laço de histereses, observando-se o comportamento das curvas nas proximidades da origem do plano cartesiano. A perda por histerese foi determinada pela área da curva $M-H$. O ciclo de histerese magnética das amostras foi obtido por meio de um magnetômetro de gradiente alternado (AGM). A magnetização de saturação foi determinada fazendo um ajuste dos dados do campo aplicado para a função $M = M_s (1 - \alpha / H)$, onde M é a magnetização, M_s é a magnetização de saturação, α é o parâmetro do ajuste e H é o campo aplicado.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 ilustra os resultados da temperatura de reação em função do tempo de reação feita a leitura de 5 em 5 segundos. Pode-se observar que, nos primeiros 75 segundos observou-se oscilações pequenas na temperatura, a qual permaneceu quase que constante até 200 segundos. A partir de 235 segundos há uma elevação brusca da temperatura, atingido o máximo de 656°C em torno de 240 segundos. O tempo de chama de combustão foi de 16 segundos. Experimentalmente a medida da temperatura foi determinada no momento em que a mistura tornou-se líquida e o final da medida da temperatura foi no momento da temperatura máxima da chama de combustão.

Pode-se observar que, para o sistema avaliado a temperatura da reação não cresceu regularmente, ocorrendo oscilações de temperatura até chegar à temperatura da reação de combustão propriamente dita. Este fato ocorreu possivelmente a grande liberação de gases durante a reação, a medida que os gases da mistura foram eliminados, a temperatura da mistura foi aumentando, até ocorrer a ignição e, posteriormente quando acaba a liberação de gases a temperatura diminui. Durante a reação de combustão observou-se também que a coloração da chama mostrou-se esverdeada, pois esta é afetada pela

presença do cobre, uma vez que o átomo metálico é excitado exibe essa cor que é característica desse metal, detectando assim a presença do cobre.

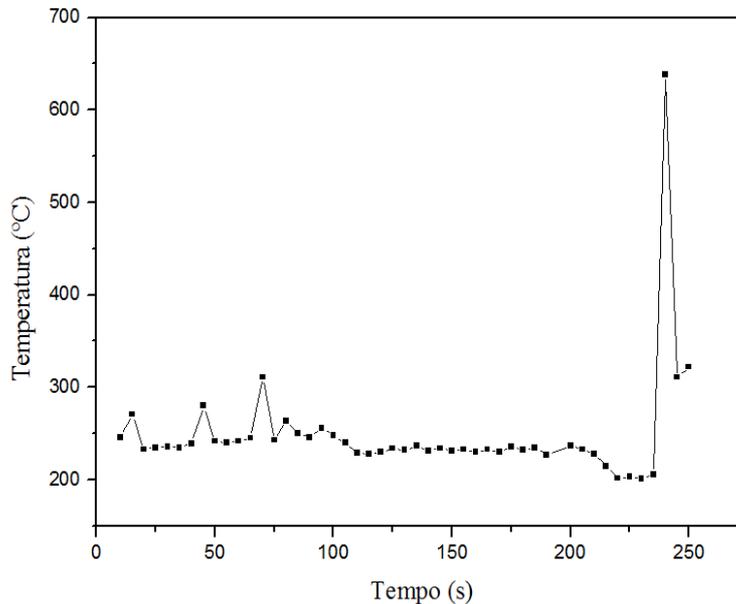


Figura 1. Temperatura de reação em função do tempo para amostra de ferrita $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_4$.

A Figura 2 apresenta o difratograma de raios-X para a ferrita $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_4$. Pode-se observar que houve a formação da fase do espinélio inverso $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ de acordo com a ficha JCPDF (52-0278), além de pequena quantidade de ZnO (ficha JCPDF 65-3411), correspondente as reflexões basais de $2\theta = 32,07^\circ$, $36,42^\circ$ e $47,72^\circ$. A presença da segunda fase, possivelmente foi ocasionada pela temperatura de combustão atingida, por esta não ter sido suficiente para completa difusão dos íons na rede na posição intersticial tetraédrica e octaédrica, ou, possivelmente pela mudança no estado de ionização do Cu^{2+} para Cu^+ . A presença de segunda fase também foi identificada por Torquato et al., 2008⁽²⁷⁾, quando avaliaram a microestrutura e as propriedades magnéticas de ferritas Ni-Zn dopadas com cobre e atribuiu a mudança do estado de oxidação do Cu^{2+} para Cu^{1+} como um dos fatores que contribuíram para formação de segunda fase.

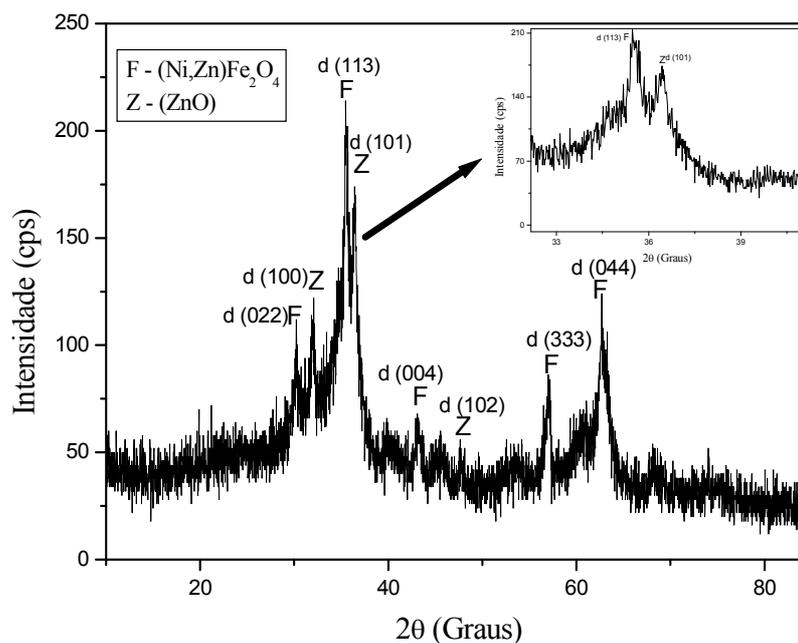


Figura 2. Difratoograma de raios-X para ferrita $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_4$.

Pode-se observar que o espectro de difração apresenta bastante largo, indicando que o material é formado por partículas nanométricas. Porém, possivelmente, nem todo material reagiu, o que torna o material pouco cristalino. Na faixa ampliada, observa-se que o pico principal correspondente à fase identificada.

Barros (2008) ⁽²³⁾, ao investigar a influencia do combustível na síntese por reação de combustão de ferritas Ni-Zn, usando como combustíveis: uréia, glicina e uma mistura de uréia e glicina; observou pelo difratograma de raios X para as amostras de ferrita Ni-Zn a presença da fase majoritária em todas as composições e maior alargamento dos picos apresentados pela composição que utiliza uréia como combustível, o que indicou a característica mais fina desta amostra. Observou também que para a composição que utiliza a uréia como combustível além da fase majoritária, a presença discreta da fase secundária ZnO. A presença da segunda fase foi atribuída ao calor que deveria ser consumido para a formação da fase primária foi perdido para as vizinhanças e como a reação ocorre de forma muito rápida, mesmo a alta temperatura de combustão gerada, ainda, favorece a formação de segunda fase. Este mesmo comportamento foi observado no presente trabalho.

Na Tabela 1 está apresentado as intensidades, os planos (hkl), os respectivos ângulos de difração, tamanho de cristalito e microdeformação calculados a partir dos dados de difração de raios X correspondente à fase majoritária da amostra ferrita $Ni_{0,4}Zn_{0,5}Fe_2Cu_{0,1}O_4$.

Tabela 1 – Dados estruturais obtidos a partir dos resultados de DRX correspondente a fase majoritária.

Intensidade	hkl	2θ	Tamanho cristalito (nm)	Microdeformação
38	022	30,19	20	0,006955
100	311	35,55	13	0,008846
26	004	43,15	19	0,005076
33	333	56,95	19	0,003995
41	044	62,60	17	0,004162

Observa-se os 5 picos característicos da ferrita cujo pico principal (d_{311}) está na reflexão basal para $2\theta = 35,55^\circ$, com tamanho de cristalito de 13 nm e microdeformação de 0.008846.

A microdeformação é uma indicação da deformação ocorrida na célula unitária, portanto quanto maior o tamanho de cristalito menor esta microdeformação. Então, à medida que, o tamanho do cristal diminui, a célula unitária torna-se mais pontual, ou seja, se torna mais difícil identificar seus parâmetros de rede, e, assim, o padrão de difração fica difuso, como tender-se a um material amorfo.

A Figura 3 ilustra o mapeamento dos elementos feito por MEV/EDS para composição da ferrita em estudo.

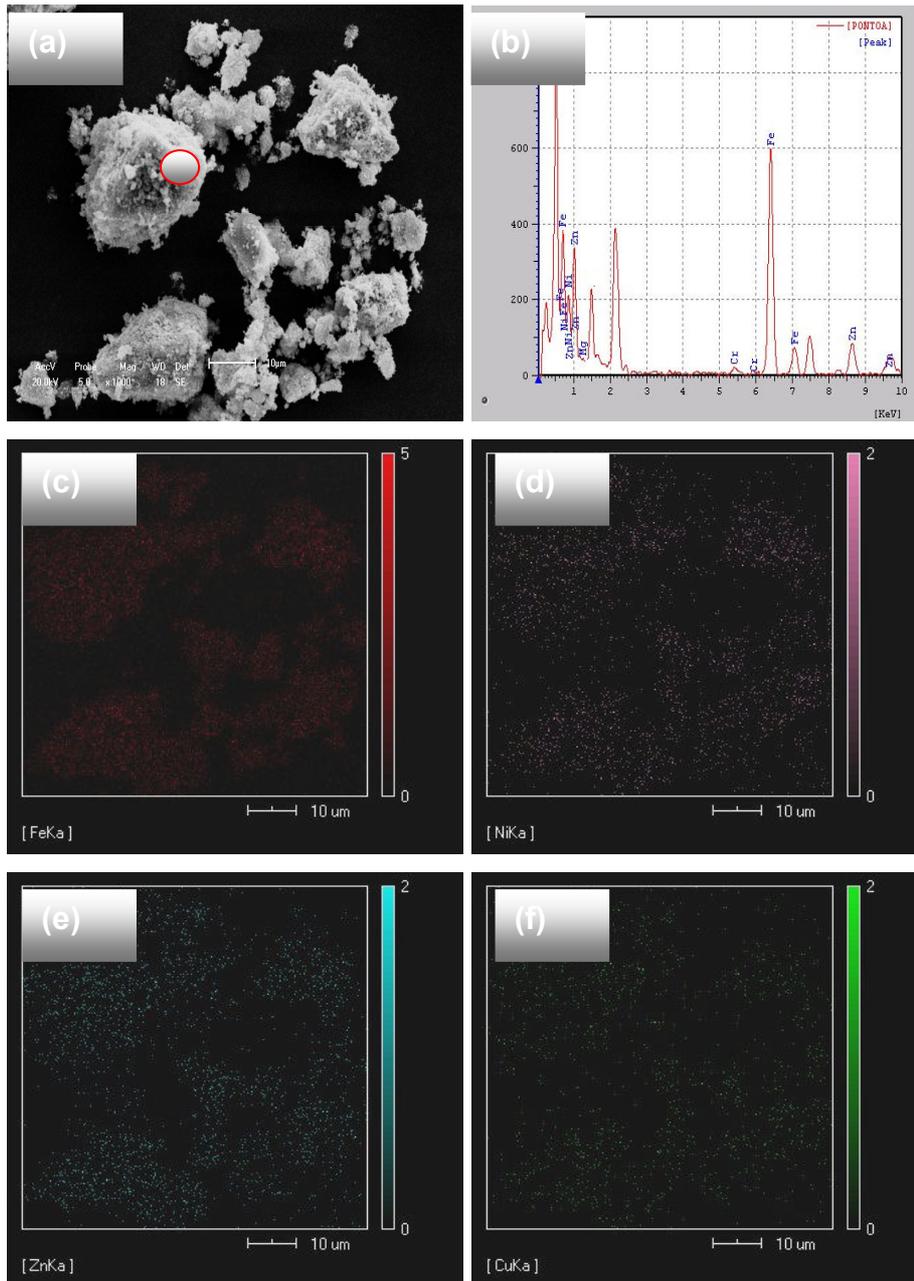


Figura 3. MEV com análise de EDS para a ferrita $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_4$: (a) micrografia, (b) espectro, (c) mapeamento do Fe (vermelho), (d) mapeamento do Ni (rosa), (e) mapeamento do Zn (azul) e (f) mapeamento do Cu (verde).

Mediante a micrografia (a) da Figura 3, observou-se para a amostra aglomerados não densos, de forma irregulares e constituídos de partículas nanométricas com porosidade interpartícula.

Por meio do espectro de EDS para o ponto A, da Figura 3 observou-se picos característicos do Fe, Ni, Zn, Al e O provenientes da fase espinélio da ferrita Ni-Zn e do dopante utilizado Cu na concentração de 0,1 mol. Pode-se observar, a partir do mapeamento (Figura 3 c, d, e, e f), dos elementos presentes, que a

ferrita é constituída pelos elementos Fe, Ni, Zn e O. A concentração do ferro identificado com a cor vermelha é a maior, comprovando que a ferrita é constituída em sua maioria por óxidos a base de ferro, em torno de 70% (indicado pela cor vermelha), onde se verificou que o mesmo encontra-se bem distribuído. A quantidade de níquel está representada pela cor rosa, o zinco pela cor azul, e o cobre pela cor verde, que aparecem em menor quantidade. Todos os elementos encontram-se bem distribuídos na amostra indicando a boa eficiência da síntese para prevalecer a estequiometria. Mediante essa análise pode-se comprovar a presença do cobre como dopante nessa ferrita, o qual parcialmente substitui os íons de Ni^{2+} na rede cristalina do espinélio inverso.

A Figura 4 apresenta o comportamento da magnetização (M_s) em função do campo magnético aplicado (H) por meio do laço de histerese para a ferrita $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_4$ obtida pelo método de reação por combustão.

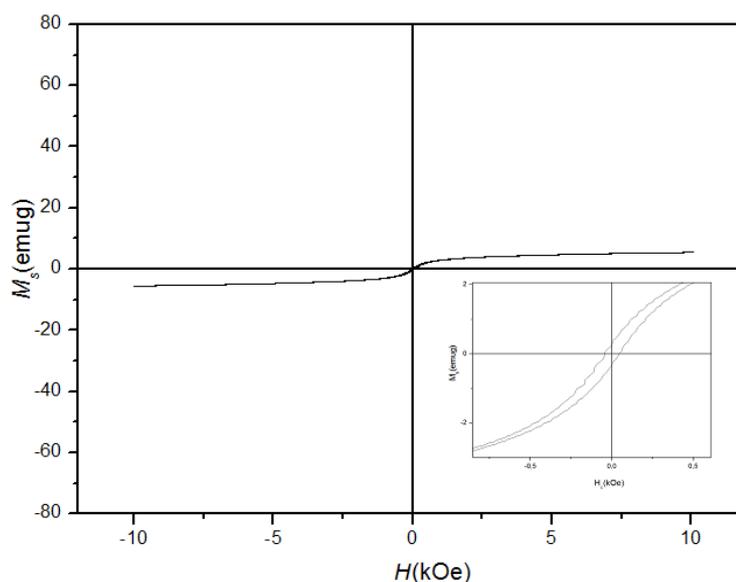


Figura 4. Curvas de histerese $M_s - H$ referentes aos pós de ferrita $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_4$ obtidas por reação de combustão

Observa-se que o laço de histerese para a ferrita $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_4$ sintetizada por reação de combustão apresentou comportamento superparamagnético, visto a magnetização remanente (M_r) e o campo coercivo (campo desmagnetizante) ser praticamente zero. Isto, porque as nanopartículas saturadas são espontaneamente desmagnetizadas, ou seja, não existe formação de nenhuma histerese. Foi observado baixo valor de magnetização de saturação necessitando assim também de baixo valor de

campo coercivo para desmagnetizar esse material. Este comportamento é similar ao observado por Vieira, 2009⁽²⁴⁾ quando avaliou a síntese por energia de microondas de ferritas Ni-Zn observado nos pós obtidos com uréia, como consequência da formação de nanopartículas com tamanho cristalito próximo a um monodomínio.

Os resultados dos parâmetros magnéticos para ferrita $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_4$ obtidas por reação de combustão foram: magnetização de saturação igual a 5,60 emu/g, magnetização remanente igual a 0,27 emu/g, campo coercitivo igual a 0,04 kOe e perdas magnéticas igual a 1,095 emu/g x kOe.

As características magnéticas baixas apresentadas pela amostra em estudo foi consequência do tamanho de partícula muito pequeno observado que foi de 13 nm.

No estudo das propriedades magnéticas de pós preparados por síntese de combustão de nanopartículas de ferritas Ni-Zn pura e dopada com samário foi observado que para o sistema puro ($\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$) o valor da magnetização de saturação sinterizada a 1000 °C resultou em um valor aproximadamente 69 emu/g⁽²⁵⁾. Comparando este valor com o valor de magnetização de saturação obtido neste trabalho para a dopagem de 0,1 mol de cobre no sistema $\text{Ni}_{1-x}\text{Cu}_x\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$, observamos que houve uma redução da magnetização de saturação. Comparando também os valores de magnetização de saturação obtidos neste trabalho com os valores para sistemas de ferritas $\text{Ni}_{0,8-x}\text{Cu}_x\text{Zn}_{0,2}\text{Fe}_2\text{O}_4$, com $0 \leq x \leq 0,4$ de cobre preparados pelo método soft chemical⁽²⁶⁾ e sinterizados a 1000 °C que foi de 68,6 emu/g para 0,1 mol de Cu, podemos observar que para o sistema $\text{Ni}_{0,4}\text{Cu}_{0,1}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ os valores foram inferiores.

4. CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que:

- A síntese por reação de combustão foi eficaz para produzir as ferritas nanométricas de $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_4$ com tamanho de cristalito de 13 nm; os difratogramas de raios X apresentaram além da fase majoritária da ferrita Ni-Zn, presença de traços de segunda fase de ZnO.

- O mapeamento por EDS mostrou a presença do cobre como dopante, assim como dos demais elementos químicos, bem distribuídos, na indicando boa homogeneidade química dos elementos característicos constituintes.
- A ferrita $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_4$ sintetizada por reação de combustão apresentou comportamento superparamagnético, com magnetização de saturação de 5,60 emu/g e campo coercivo (campo desmagnetizante) praticamente zero.

5. AGRADECIMENTOS

Ao PROCAD/NF-CAPEES, a RENAMI-CNPq e ao CNPq pelo apoio financeiro.

6. REFERÊNCIAS

- (1) Luciano, A. Síntese e caracterização de compostos obtidos por moagem de alta energia do sistema Fe-Mn₂O₃. Dissertação em Física, 114f. Maringá, 2004.
- (2) Bueno, A. R. Síntese e caracterização da ferrita de Ni-Zn dopada com íons metálicos para aplicações em absorvedores de radiações eletromagnéticas, Tese D.Sc., 164f. COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 2003.
- (3) Costa, A. C. F. M.; Morelli, M. R.; Kiminami, R. H. G. A. Microestrutura e propriedades magnéticas de ferritas Ni-Zn-Sm. *Cerâmica*, 49, p. 168-173, 2003.
- (4) Msomi, J. Z.; Moyo, T.; Doyle T. B. Magnetic properties of bulk and nanosized (Zn; Cu; Cd)_{0,5}Ni_{0,5}Fe₂O₄ ferrites. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 310, p. 2534–2536, 2007.
- (5) Su H.; Zhang H.; Tang X.; Jing Y.; Liu Y. Effects of composition and sintering temperature on properties of NiZn and NiCuZn ferrites. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 310, p. 17–21, 2007.
- (6) Kim J.; Ham C. The effect of calcining temperature on the magnetic properties of the ultra-fine NiCuZn-ferrites. *Materials Research Bulletin*, vol. 44, p. 633–637, 2009.
- (7) Modak S.; Ammar M.; Mazaleyrat F.; Das S.; Chakrabarti P.K.. XRD, HRTEM and magnetic properties of mixed spinel nanocrystalline Ni–Zn–Cu-ferrite. *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 473, p.15–19, 2009.

- (8) Jadhav, P.A.; Devan R.S.; Kolekar Y.D.; Chougule B.K. Structural, electrical and magnetic characterizations of Ni–Cu–Zn ferrite synthesized by citrate precursor method. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol.70, pp.396–400, 2009.
- (9) Pyun, S. I.; Baek, J. T. *Am. Ceram. Soc. Bull.* 64, 4, 602-605, 1985.
- (10) GOLDMAN, A. Magnetic ceramics (Ferrites). In: *ENGINEERED material handbook*. Metal Park: ASM International, 4, p. 1161-1165, 1991.
- (11) Sedláč, M.; Matejec, V.; Grygar, T.; Kadlecová, J. Sol-gel processing and magnetic properties of nickel zinc ferrite thick films. *Ceramics International*, 26, p. 507-512, 2000.
- (12) Zahi, S.; Hashim, M.; Daud, R. A. Synthesis, magnetic properties and microstructure of Ni–Zn ferrite by sol–gel technique. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 308, p. 177–182, 2007.
- (13) Tsay, C. Y.; Liu, K. S.; Lin, T. F.; Lin, I. N. Microwave sintering of NiCuZi ferrites and multiplayer chip inductors. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 209, p. 189-192, 2000.
- (14) Areán C. O.; Mentrut M. P.; López A. J. L.; Parra J. B.; *Physicochem. Eng. Aspects*, vol.180, p. 253-258, (2001).
- (15) Cesteros P.; Salagre F.; Medina J.; Sueiras, E. *Chem. Mater.* vol.12, p. 331, (2000).
- (16) Sertkol M.; Koseoglu Y.; Baykal A.; Kavas H.; Basaran A. C. Synthesis and magnetic characterization of $Zn_{0.6}Ni_{0.4}Fe_2O_4$ nanoparticles via a polyethyleneglycol-assisted hydrothermal route. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol.321, p. 157–162, 2009.
- (17) Priyadharsini P.; Pradeep A.; Chandrasekaran G. Novel combustion route of synthesis and characterization of nanocrystalline mixed ferrites of Ni–Zn. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol.321, p. 1898–1903, 2009.
- (18) Costa A. C. F. M.; Vieira, D. A.; Silva, V. J.; Diniz V. C. S.; Kiminami, R. H. G. A.; Gama L. Synthesis of the Ni–Zn–Sm ferrites using microwaves energy. *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 483, p.37 - 39, 2009.
- (19) Santos, P. T. A.; Sousa, J.P. L. M. L.; Fernandes, P. C.; Kiminami, R. H. A.; Araújo, E. M.; Costa, A. C. F. M.; Vieira, D. A. Influência da dopagem de alumínio nas características morfológica e estrutural de pós de ferritas Ni-Zn. VI Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, Campina Grande, 2010.

- (20) Kiminami, R. H. G. A.; Folz, D. C.; Clarck, D. E. Microwave synthesis of alumina powders. *Ceramic Bulletin*, 70, p.63-67, 2000.
- (21) Costa A. C. F. M.; Morelli M. R.; Kiminami R. H. G. A. Combustion Synthesis Processing of Nanoceramics In: *Handbook of Nanoceramics and Their Based Nanodevices*. Ed. California : Americam Scientific Publishers, v.5, p. 80-98, 2008.
- (22) Reed, J.S. *Principles of Ceramic Processing*, 2nd Ed., Ed. John Wiley & Sons, New York, 1995.
- (23) Barros, T. S. Influência do Combustível na síntese por reação de combustão de ferritas Ni-Zn. *Dissertação de Mestrado*, 97f. Universidade Federal de Campina Grande, 2008.
- (24) Vieira, D. A. Síntese por energia de microondas de ferritas Ni-Zn. *Dissertação de Mestrado*, 110f. Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande-PB, 2009.
- (25) Gama, L.; Diniz, A. P. A.; Costa, A. C. F. M.; Rezende, S. M.; Azevedo, A.; Cornejo, D. R. *Physica B* 384 (2006) 97-99.
- (26) Shrotri, J. J.; Kulkarni, S. D.; Deshpande, C. E.; Mitra, A.; Sainkar, S. R.; Anil Kumar, P. S.; Date, S. K. *Mater. Chem. Phys.* 59, 1-5, 1999.
- (27) R. A. Torquato, Portela, F. A. Gama, L. Cornejo, D. R. Rezende, S. M. Kiminami, R. H. G. A. Costa, A. C. F. M. Avaliação da microestrutura e das propriedades magnéticas de ferritas Ni-Zn dopadas com cobre. *Cerâmica* 54, p. 55-62, 2008.
- (28) Li, Q.; Wang, Y.; Chang, C. Study of Cu, Co, Mn and La doped NiZn ferrite nanorods synthesized by the coprecipitation method. *Journal of Alloys and Compounds*, 505, p. 523–526, 2010.
- (29) Lin, C. H.; Wang, C.W.; Fu, Y. P. Characterization of Ni-Cu-Zn ferrite prepared from industrial wastes. *Ceramics Internacional*, 35, p. 2325-2328, 2009.

**STRUCTURAL CHARACTERIZATION, MORPHOLOGY AND MAGNETIC
FERRITE $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_4$**

ABSTRACT

In this work the system $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_4$ was obtained by combustion reaction using urea as fuel in order to evaluate their structural characteristics, and morphological imaging. The resulting samples were characterized by XRD, BET, SEM / EDS and magnetic measurements. The synthesis by combustion reaction was effective for producing samples of ferrites with crystallite size 13 nm. The X-ray diffraction showed the major phase of the inverse spinel and traces of ZnO second phase. The resulting morphology showed the formation of soft agglomerates with interparticle porosity, and mapping by SEM / EDS indicated a good distribution of elements Ni, Cu, Zn, Fe and O constituent of ferrite. The ferrite showed superparamagnetic behavior with a value of saturation magnetization of 5.60 emu / g.

Key-words: Ni-Zn ferrite, combustion reaction, magnetic measurements